МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 13496.4— 2019

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения содержания азота и сырого протеина

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт комбикормовой промышленности» (АО «ВНИИКП»)

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 4 «Комбикорма, белково-витаминные добавки, премиксы»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 июля 2019 г. № 120-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 8 августа 2019 г. № 488-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 13496.4—2019 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 августа 2020 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 13496.4—93

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Требования безопасности 3
4 Условия проведения испытаний 3
5 Требования к квалификации оператора 3
6 Отбор проб 3
7 Подготовка проб 3
8 Титриметрический метод определения содержания азота по Кьельдалю (основной метод) 3
9 Фотометрический индофенольный метод определения азота 10

Поправка к ГОСТ 13496.4—2019 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)

Поправка к ГОСТ 13496.4—2019 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 1 2021 г.)

МКС 65.120

Поправка к ГОСТ 13496.4—2019 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 8. Пункт 8.2, 30-й абзац	Метиловый голубой или бромкрезоловый зеленый.	Метиленовый голубой или бромкрезоловый зеленый.

(ИУС № 11 2025 г.)

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

КОРМА, КОМБИКОРМА, КОМБИКОРМОВОЕ СЫРЬЕ

Методы определения содержания азота и сырого протеина

Fodder, mixed fodder and raw mixed fodder. Methods of nitrogen and crude protein determination

Дата введения — 2020—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все виды кормов, комбикормов и комбикормового сырья, за исключением сырья минерального происхождения, кормовых дрожжей и паприна, и устанавливает титриметрический (по Кьельдалю) и фотометрический методы определения азота с последующим пересчетом результатов на сырой протеин.

Нижний предел измерения массовой доли азота — 0,016 %.

Данные методы не позволяют различить белковый и небелковый азот.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 8.135 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандарт-титры для приготовления буферных растворов — рабочих эталонов pH 2-го и 3-го разрядов. Технические и метрологические характеристики. Методы их определения

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.2.007.0 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ ИСО 3310-1* Сита контрольные. Часть 1. Сита контрольные из металлической проволочной ткани. Технические требования и испытания

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 3826 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 4145 Реактивы. Калий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4146 Реактивы. Калий надсернокислый. Технические условия

ГОСТ 4165 Реактивы. Медь II сернокислая 5-водная. Технические условия

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232 Реактивы. Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ ИСО 5725-6—2003** Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 5845 Реактивы. Калий-натрий виннокислый 4-водный. Технические условия

ГОСТ 5962 Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья. Технические условия

ГОСТ ISO 6497 Корма. Отбор проб

ГОСТ ISO 6498 Корма, комбикорма. Подготовка проб для испытаний

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9656 Реактивы. Кислота борная. Технические условия

ГОСТ 10652 Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия

ГОСТ 10929 Реактивы. Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 12026 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 13496.0 Комбикорма, комбикормовое сырье. Методы отбора проб

ГОСТ 13586.3 Зерно. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 13979.0 Жмыхи, шроты и горчичный порошок. Правила приемки и методы отбора проб

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 17681 Мука животного происхождения. Методы испытаний

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 27668 Мука и отруби. Приемка и методы отбора проб

ГОСТ 28311 Дозаторы медицинские лабораторные. Общие технические требования и методы испытаний

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29251 (ИСО 385-1—84) Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов и классификаторов на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (gost.e-ecolog.ru ю указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

---

* Не действует в Российской Федерации.

** В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

3 Требования безопасности

3.1 При выполнении испытаний необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, электробезопасности при работе с электроприборами — по ГОСТ 12.1.019 и ГОСТ 12.2.007.0, требования, изложенные в технической документации на используемые приборы.

3.2 Работу с химическими реактивами проводят в вытяжном шкафу.

3.3 Помещение, в котором проводят выполнение испытаний, должно быть оснащено вентиляционными системами по ГОСТ 12.4.021, соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

3.4 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

4 Условия проведения испытаний

При подготовке и проведении испытаний должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды . . . . . от 15 °С до 25 °С;
- относительная влажность воздуха . . . . . не более 80 %.

5 Требования к квалификации оператора

К выполнению испытаний и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное образование и опыт работы в химической лаборатории, прошедшего инструктажи на рабочем месте по электробезопасности, противопожарной безопасности, освоившего метод в процессе обучения и выполнившего нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля точности испытаний.

6 Отбор проб

Отбор проб — по ГОСТ ISO 6497, ГОСТ 13496.0, ГОСТ 13586.3, ГОСТ 13979.0, ГОСТ 17681, ГОСТ 27668.

7 Подготовка проб

Подготовка проб — по ГОСТ ISO 6498.

Испытуемую пробу измельчают до прохода через сито с размером стороны ячейки 1 мм.

Подготовленные пробы хранят в стеклянных или пластмассовых емкостях с крышками в сухом месте.

8 Титриметрический метод определения азота по Къельдалю (основной метод)

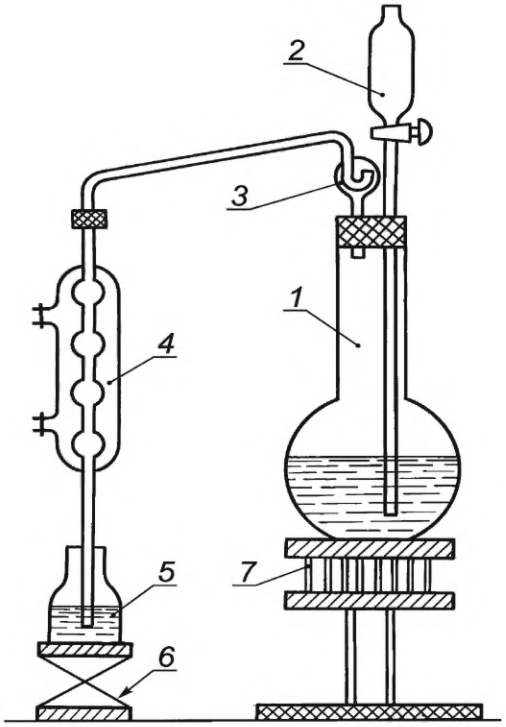
8.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в минерализации органического вещества пробы кипящей серной кислотой в присутствии катализатора с образованием сернокислого аммония, добавлении к охлажденному минерализату избытка гидроокиси натрия для выделения аммония, отгонке и титровании выделенного аммиака, вычислении массовой доли азота в испытуемой пробе и пересчете на массовую долю сырого протеина.

8.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

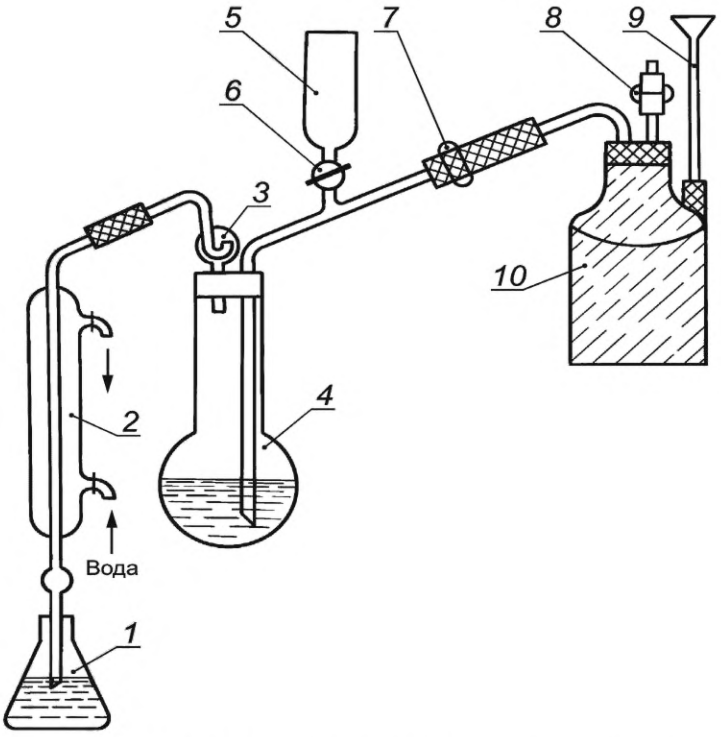
Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,001 г.

Установка типа Къельдаля (см. рисунок 1) или аппарат для отгонки аммиака с водяным паром (см. рисунок 2).



1 — парообразователь (колба К-1–1000(2000)–29/32 (34/35, 45/40) ТС или колба П-1–1000–42 по ГОСТ 25336); *2* — воронка ВК-100 ХС по ГОСТ 25336; *3* — каплеуловитель исполнения КО-60 ХС по ГОСТ 25336; *4* — холодильник ХШ (ХПТ)-3–400–19/26 (29/32) по ГОСТ 25336; *5* — колба Кн-2–250–19/26 (29/32) ТХС по ГОСТ 25336; *6* — подъемный столик; *7* — колбонагреватель

Рисунок 1 — Установка типа Къельдаля



1 — колба Кн-2–250–19/26 (29/32) ТХС по ГОСТ 25336; *2* — холодильник ХШ (ХПТ)-3–400–19/26 (29/32) по ГОСТ 25336; *3* — каплеуловитель исполнения КО-60 ХС по ГОСТ 25336; *4* — отгонная колба; *5, 9* — воронка ВК-100 ХС по ГОСТ 25336; *6, 7, 8* — краны; *10* — парообразователь; колба К-1–1000(2000)–29/32 (34/35, 45/40) ТС или колба П-1–1000–42 по ГОСТ 25336

Рисунок 2 — Аппарат для отгонки аммиака с водяным паром

Колбы Къельдаля 1(2)–100(250, 500)–29/32 ТСХ по ГОСТ 25336.

Установка для титрования с бюреткой 1–1(2)–2–10(25, 50)–0,1 по ГОСТ 29251.

Капельница для индикатора по ГОСТ 25336.

Ступки фарфоровые и пестик по ГОСТ 9147.

Электроплита по ГОСТ 14919 или другое оборудование для «мокрого озоления», позволяющие поддерживать температуру 450 °С—500 °С.

Воронки стеклянные В–25(36)–38(50, 80) ХС по ГОСТ 25336 или втулки Къельдаля.

Колбы мерные 1(1, 2, 2а)–(500, 1000)–2 по ГОСТ 1770.

Цилиндры 1(2)–50(1000)–2 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1(2)–50 ТХС по ГОСТ 25336.

Пипетки градуированные 1(2, 3, 5)–1(1а, 2, 2а)–2–1(25) по ГОСТ 29227.

Кружка фарфоровая 3 по ГОСТ 9147.

Асбест листовой.

Средства для равномерного кипения, такие как гранулированная пемза, кусочки фарфора, стеклянные шарики диаметром от 5 до 7 мм, промытые в концентрированной соляной кислоте и дистиллированной воде и прокаленные.

Сито с размером стороны квадратных ячеек 1 мм по ГОСТ 3310-1 или сито из сетки по ГОСТ 3826 с размером стороны квадратных ячеек 1 мм.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а.

Кислота серная, стандарт-титр молярной концентрации c (H_2SO_4) = 0,05 моль/дм^3 по ГОСТ 8.135.

Калий сернокислый по ГОСТ 4145, ч. д. а.

Калий надсернокислый по ГОСТ 4146, ч. д. а.

Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, ч. д. а.

Натрий сернокислый по ГОСТ 4166, ч. д. а.

Селен, ч.

Перекись водорода по ГОСТ 10929, с массовой долей 30 %, ч. д. а.

Кислота борная по ГОСТ 9656, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а.

Натрия гидроокись, стандарт-титр молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3 по ГОСТ 8.135.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962.

Метиловый красный.

Метиловый голубой или бромкрезоловый зеленый.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечания

1 Допускается использование других средств измерений, не уступающих вышеуказанным по метрологическим характеристикам.

2 Допускается использование реактивов аналогичной квалификации.

8.3 Подготовка к испытанию

8.3.1 Приготовление растворов

8.3.1.1 Растворы реактивов хранят в стеклянной посуде с притертыми пробками или в полиэтиленовых флаконах с завинчивающимися крышками при температуре 15 °С—25 °С неограниченное время. При появлении осадка, хлопьев, изменении окраски растворы заменяют свежеприготовленными.

8.3.1.2 Приготовление смешанных катализаторов

Катализатор 1. Смешивают 10 весовых частей сернокислой меди, 100 весовых частей сернокислого калия и две весовые части селена, тщательно растирают в ступке до получения мелкозернистого порошка.

Катализатор 2. Смешивают 10 весовых частей сернокислой меди и 100 весовых частей сернокислого калия, тщательно растирают в ступке до получения мелкозернистого порошка.

При приготовлении катализаторов 1 и 2 допускается заменять сернокислый калий надсернокислым калием или сернокислым натрием в том же количестве.

8.3.1.3 Приготовление раствора серной кислоты, содержащей селен

Аморфный или растертый селен, из расчета 5 г на 1 дм^3 серной кислоты, растворяют при нагревании в концентрированной серной кислоте в термостойкой колбе до обесцвечивания.

8.3.1.4 Приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации c (H_2SO_4) = = 0,05 моль/дм^3 (0,1 н)

Используют стандарт-титр серной кислоты. Раствор готовят в соответствии с правилами, приложенными к комплекту.

Допускается приготовление раствора серной кислоты молярной концентрации $c(H_2SO_4)$ = = 0,05 моль/дм^3 из концентрированной серной кислоты в соответствии с ГОСТ 25794.1.

Примечание — Допускается использование раствора серной кислоты другой молярной концентрации аналогичной точности, при этом в расчеты необходимо внести соответствующие коэффициенты.

8.3.1.5 Приготовление раствора борной кислоты массовой концентрации $c(H_3BO_3)$ = 40 г/дм^3

40 г борной кислоты растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды при нагревании и переносят в колбу вместимостью 1000 см^3. После охлаждения объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой.

8.3.1.6 Приготовление смешанного индикатора

При титровании применяют один из следующих индикаторов:

- индикатор 1: растворяют 0,20 г метилового красного и 0,10 г метиленового голубого в 100 см^3 96 %-ного раствора этилового спирта;
- индикатор 2: смешивают три объема 0,1 %-ного раствора бромкрезолового зеленого в этиловом спирте и один объем 0,2 %-ного раствора метилового красного в этиловом спирте.

Хранят индикаторы в посуде из темного стекла.

8.3.1.7 Приготовление раствора гидроокиси натрия с массовой долей 33 %

330 г гидроокиси натрия растворяют в фарфоровой кружке в 670 см^3 дистиллированной воды.

8.3.1.8 Приготовление раствора гидроокиси натрия с массовой долей 40 %

400 г гидроокиси натрия растворяют в фарфоровой кружке в 600 см^3 дистиллированной воды.

8.3.1.9 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = = 0,1 моль/дм^3 (0,1 н)

Используют стандарт-титр гидроокиси натрия. Раствор готовят в соответствии с правилами, приложенными к комплекту.

Допускается приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c(NaOH) = 0,1 моль/дм^3 в соответствии с ГОСТ 25794.1.

8.4 Проведение испытания

8.4.1 Приготовление минерализата

В чистую сухую колбу Къельдаля помещают 0,7—1 г комбикормов, кормов растительного происхождения, 0,3—0,5 г муки животного происхождения, взвешенных с погрешностью не более 0,001 г.

Примечание — Для проб растительного происхождения с большим содержанием сырого протеина, например шрота, допускается уменьшение навески до 0,4 г.

Минерализацию осуществляют в вытяжном шкафу одним из двух способов:

- способ 1: добавляют в колбу Къельдаля 2 г катализатора 1 или 8 г катализатора 2. После прибавления катализатора осторожно приливают 10—12 см^3 концентрированной серной кислоты в зависимости от массы навески;
- способ 2: добавляют в колбу Къельдаля 10 см^3 перекиси водорода с массовой долей 30 % в качестве окислителя. После прекращения бурной реакции приливают такое же количество концентрированной серной кислоты. Для ускорения сжигания рекомендуется использовать серную кислоту, содержащую селен (см. 8.3.1.3).

Содержимое колбы Къельдаля тщательно перемешивают легкими круговыми движениями, обеспечивая полное смачивание навески. Колбу устанавливают на нагреватель так, чтобы ее ось была наклонена под углом 30°—45° к вертикали, в горло колбы вставляют маленькую стеклянную воронку или втулку для уменьшения улетучивания кислоты во время минерализации. Вначале колбу нагревают умеренно, чтобы предотвратить бурное пенообразование.

Примечания

1 При использовании специального оборудования для сжигания проб следуют указаниям инструкции к нему.

2 Во избежание бурного пенообразования допускается использование пеногасителей, таких как парафин или 30 %-ная водная эмульсия силикона, а также средства для равномерного кипения.

При нагревании содержимое колбы время от времени помешивают вращательными движениями колбы. После исчезновения пены нагревание усиливают, избегая перегрева стенок колбы, не соприкасающихся с жидкостью, пока жидкость не будет доведена до постоянного кипения. Если используют

открытое пламя, то такой перегрев можно предотвратить, помещая колбу на лист асбеста с отверстием, по диаметру несколько меньшим, чем диаметр колбы на уровне жидкости. Нагрев считается нормальным, если пары кислоты конденсируются ближе к середине горла колбы Къельдаля.

После того как жидкость обесцветится (допускается слегка зеленоватый оттенок), нагрев продолжают в течение 30 мин. После охлаждения минерализат количественно переносят в отгонную колбу, три раза ополаскивают колбу Къельдаля порциями по 20—30 $см^3$ дистиллированной воды. Общий объем раствора в отгонной колбе должен составлять 200—250 $см^3$.

Допускается проводить отгонку непосредственно из колбы Къельдаля. В этом случае для минерализации используют колбу Къельдаля вместимостью 500 $см^3$. Перед отгонкой аммиака минерализат разбавляют 150—200 $см^3$ дистиллированной воды.

При проведении экспресс-анализа на комбикормовых предприятиях и в период заготовки травянистых кормов допускается следующий способ приготовления минерализата.

Навеску испытуемой пробы массой 0,2—0,3 г помещают в колбу Къельдаля, или в пробирку, или в колбу из термостойкого стекла. В колбу с навеской добавляют 4 $см^3$, а в пробирку — 3 $см^3$ перекиси водорода с массовой долей 30 %. Через 1,5—2 мин в колбу добавляют 5—8 $см^3$, а в пробирку — 2 $см^3$ концентрированной серной кислоты, содержащей селен (см. 8.3.1.3). Содержимое колбы или пробирки тщательно перемешивают для полного смачивания навески.

Колбу или пробирку с навеской помещают на электроплиту и нагревают до кипения. Затем нагрев увеличивают и минерализацию продолжают до полного обесцвечивания раствора (20—30 мин). Если раствор не осветлился, то нагревание продолжают еще 5—8 мин или охлаждают, приливают 0,5 $см^3$ перекиси водорода с массовой долей 30 % и кипятят до полного обесцвечивания.

После охлаждения минерализат количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. В отгонную колбу переносят 50 $см^3$ раствора минерализата.

8.4.2 Отгонка аммиака и титрование

8.4.2.1 Отгонка аммиака в борную кислоту

В приемную колбу наливают 25—30 $см^3$ раствора борной кислоты массовой концентрации 40 $г/дм^3$ и пять капель любого из смешанных индикаторов. Колбу подставляют под холодильник так, чтобы его кончик был ниже поверхности раствора борной кислоты не менее чем на 1 см. Через холодильник пропускают холодную воду.

Отгонную колбу присоединяют к аппарату для отгонки аммиака и через капельную воронку осторожно приливают в колбу с минерализатом раствор гидроокиси натрия с массовой долей 33 %. Воронку промывают два-три раза порциями по 10—15 $см^3$ дистиллированной воды, оставляя небольшое количество воды в качестве гидрозатвора. Допускается прибавлять раствор гидроокиси натрия до присоединения отгонной колбы к аппарату. В этом случае раствор гидроокиси натрия наливают в отгонную колбу по стенке, стараясь не перемешивать его с минерализатом, и сразу присоединяют к аппарату для отгонки аммиака.

Объем приливаемой гидроокиси натрия зависит от объема серной кислоты, использованной для приготовления минерализата. На каждый кубический сантиметр серной кислоты, оставшейся после окончания процесса минерализации, следует добавлять не менее 3,5 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 33 %. Если объем оставшейся серной кислоты трудно установить, объем щелочи рассчитывают исходя из объема серной кислоты, взятой для минерализации. Допускается предварительная нейтрализация содержимого отгонной колбы раствором гидроокиси натрия с массовой долей 40 %, используя любой из индикаторов. Для обеспечения выделения аммиака добавляют дополнительно 1 $см^3$ раствора гидроокиси натрия с массовой долей 40 %.

Раствор в отгонной колбе нагревают так, чтобы обеспечить равномерное кипение. Допускается проводить отгонку водяным паром. Чтобы исключить выделение аммиака, вода в парообразователе должна быть подкислена серной кислотой до фиолетовой окраски при применении индикатора 1 и розовой — при применении индикатора 2.

В начале отгонки аммиака цвет раствора в приемной колбе меняется на зеленый. При нормальном кипении объем раствора в приемной колбе через 20—30 мин обычно составляет 150—200 $см^3$. При проведении экспресс-анализа время отгонки сокращается до 7—10 мин. Конец отгонки можно установить с помощью красной лакмусовой бумажки. Для этого приемную колбу отставляют от аппарата, предварительно обмыв конец холодильника дистиллированной водой, и подставляют лакмусовую бумажку под стекающие капли дистиллята. Если лакмус не синеет, отгон аммиака закончен. Если лакмус синеет, приемную колбу снова подставляют под холодильник и продолжают отгонку.

После окончания отгонки приемную колбу опускают и обмывают сливную трубку холодильника дистиллированной водой в приемную колбу.

Аммиак титруют из бюретки раствором серной кислоты (см. 8.3.1.4) до перехода окраски индикатора от зеленой в фиолетовую при применении индикатора 1 и от зеленой в розовую при применении индикатора 2.

8.4.2.2 Отгонка аммиака в серную кислоту

В приемную колбу наливают 50 см^3 раствора серной кислоты (см. 8.3.1.4). Отгонку ведут способом, указанным в 8.4.2.1. После окончания отгонки содержимое приемной колбы (избыток раствора серной кислоты) титруют раствором гидроокиси натрия (см. 8.3.1.9) до перехода окраски в зеленую.

8.4.3 Одновременно с проведением испытания испытуемой пробы проводят контрольный опыт на загрязнение воды и реактивов аммиаком в соответствии с 8.4.1 и 8.4.2, исключая взятие навески корма.

Объем серной кислоты, израсходованный на титрование в контрольном опыте при отгонке в борную кислоту, не должен превышать 0,5 см^3. При отгонке в серную кислоту объем раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, должен быть не менее 49,5 см^3. В случае несоблюдения вышеуказанных объемов выявляют источники загрязнения реактивов аммиаком и устраняют их.

8.5 Обработка результатов

8.5.1 Массовую долю азота в испытуемой пробе X, %, при проведении отгонки аммиака в борную кислоту вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \cdot K \cdot 0{,}0014 \cdot 100}{m}, \quad (1)$$

где V_1 — объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование испытуемого раствора, см^3;

V_0 — объем раствора серной кислоты, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см^3;

K — поправка к титру раствора серной кислоты молярной концентрации $c(1/2H_2SO_4)$ = = 0,05 моль/дм^3;

0,0014 — масса азота, эквивалентная массе серной кислоты, содержащейся в 1 см^3 раствора молярной концентрации $c(1/2H_2SO_4)$ = 0,05 моль/дм^3, г/см^3.

Примечание — $0{,}0014 = c_1 \cdot M$,

где c_1 — молярная концентрация раствора гидроокиси натрия, используемого для титрования (c_1 = 0,1 моль/дм^3), моль/дм^3;

M — молярная масса азота (M = 14 г/моль), г/моль;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса навески, г.

8.5.2 Массовую долю азота в испытуемой пробе X, %, при проведении отгонки аммиака в серную кислоту вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_2 - V_3) \cdot K \cdot 0{,}0014 \cdot 100}{m}, \quad (2)$$

где V_2 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см^3;

V_3 — объем раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3, израсходованный на титрование испытуемого раствора, см^3;

K — поправка к титру раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 0,1 моль/дм^3;

0,0014 — масса азота, эквивалентная массе серной кислоты, содержащейся в 1 см^3 раствора молярной концентрации c $(1/2H_2SO_4)$ = 0,05 моль/дм^3, г/см^3.

Примечание — $0{,}0014 = c_1 \cdot M$,

где c_1 — молярная концентрация раствора гидроокиси натрия, используемого для титрования (c_1 = 0,1 моль/дм^3), моль/дм^3;

M — молярная масса азота (M = 14 г/моль), г/моль;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

m — масса навески, г.

Примечание — При проведении экспресс-анализа полученный результат умножают на коэффициент 2, так как для отгонки используют лишь половину объема минерализата.

Результаты вычисляют до третьего десятичного знака. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, которое округляют до второго десятичного знака.

8.5.3 Массовую долю азота в сухом веществе X_1, %, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot 100}{100 - W}, \quad (3)$$

где X — массовая доля азота в испытуемой пробе, %;

100 — коэффициент пересчета в проценты;

W — массовая доля влаги в испытуемой пробе, %.

8.6 Контроль точности результатов

8.6.1 Оценку прецизионности результатов испытаний в условиях повторяемости и воспроизводимости проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 5).

8.6.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости (сходимости)

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на одной испытуемой пробе в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же экземпляре оборудования в течение короткого промежутка времени при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела повторяемости (сходимости) r, %

$$r = 0{,}03\overline{X} + 0{,}02, \quad (4)$$

где 0,03 — коэффициент регрессии;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, %;

0,02 — коэффициент.

Если расхождение между результатами параллельных испытаний превышает предел повторяемости, то испытание повторяют, начиная со взятия навески.

Если расхождение между результатами параллельных испытаний вновь превышает предел повторяемости, выясняют и устраняют причины плохой повторяемости результатов испытаний.

Допускается проведение испытания без параллельных определений массовой доли азота при наличии межгосударственного стандартного образца. Расхождение между среднеарифметическим значением результатов испытаний стандартного образца и его аттестованным значением, указанным в свидетельстве, не должно превышать допускаемого отклонения $\overline{D}$, %

$$\overline{D} = 0{,}033 \cdot X_{\text{атт}} + 0{,}06, \quad (5)$$

где 0,033 — коэффициент регрессии;

$X_{\text{атт}}$ — аттестованное значение массовой доли азота в стандартном образце, %;

0,06 — коэффициент.

8.6.3 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных испытаний, полученными одним и тем же методом на идентичных испытуемых пробах в разных лабораториях разными операторами на различных экземплярах оборудования при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела воспроизводимости R, %

$$R = 0{,}05\overline{\overline{X}} + 0{,}09, \quad (6)$$

где 0,05 — коэффициент регрессии;

$\overline{\overline{X}}$ — среднеарифметическое значение результатов испытаний, полученных в двух лабораториях, %;

0,09 — коэффициент.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытаний и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение. Если это условие не соблю-

дается, могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 5).

8.7 Оформление результатов

Результат определения массовой доли азота в пробе, %, вычисленный по формулам (1), (2), представляют в виде

$$X \pm \Delta_{абс}, \quad (7)$$

где $\Delta_{абс}$ — граница абсолютной погрешности измерений, %, при доверительной вероятности $P = 0,95$, вычисленная по формуле

$$\Delta_{абс} = 0,028\overline{X} + 0,051, \quad (8)$$

где 0,028 — коэффициент регрессии;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, %;

0,051 — коэффициент.

8.8 Массовую долю сырого протеина в испытуемой пробе X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = 6,25 \cdot X, \quad (9)$$

где 6,25 — коэффициент пересчета общего содержания азота на сырой протеин;

X — массовая доля азота в испытуемой пробе, %.

8.9 Массовую долю сырого протеина в сухом веществе испытуемой пробы X_3, %, вычисляют по формуле

$$X_3 = 6,25 \cdot X_1, \quad (10)$$

где 6,25 — коэффициент пересчета общего содержания азота на сырой протеин;

X_1 — массовая доля азота в сухом веществе испытуемой пробы, %.

9 Фотометрический индофенольный метод определения азота

9.1 Сущность метода

Сущность метода заключается в разложении органического вещества пробы концентрированной серной кислотой с образованием солей аммония и последующем фотометрическом определении азота в виде окрашенного индофенольного соединения, образующегося в щелочной среде при взаимодействии с салицилатом и гипохлоритом натрия и имеющего максимум светопоглощения при 655 нм.

9.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

Весы неавтоматического действия по ГОСТ OIML R 76-1 с пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,01 г.

Весы с пределами допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,2 мг.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, обеспечивающие измерения оптической плотности при длине волны 620—670 нм в кюветах с толщиной просвечиваемого слоя 10 мм.

Электроплита по ГОСТ 14919 или другое оборудование для «мокрого озоления», позволяющие поддерживать температуру 450 °С—500 °С.

Колбы Къельдаля 1(2)–100(500)–29/32 ТСХ по ГОСТ 25336.

Дозаторы пипеточные одноканальные переменного объема 100—1000 мм^3, 1000—5000 мм^3 с метрологическими характеристиками по ГОСТ 28311 или пипетки градуированные 1(2, 3, 5)–1(1а, 2, 2а)–1(2)–1(2, 5, 10) по ГОСТ 29227.

Цилиндры 1(2)–50(100, 250)–2 по ГОСТ 1770.

Колбы мерные 1(1, 2, 2а)–(100, 1000)–2 по ГОСТ 1770.

Стаканы В-1(2)–100 (500, 1000) ТХС по ГОСТ 25336.

Бюретки 1–1(2)–2–50–0,1 по ГОСТ 29251.

Бумага фильтровальная ФБ-III по ГОСТ 12026.

Сито с размером стороны квадратных ячеек 1 мм по ГОСТ 3310-1 или сито из сетки по ГОСТ 3826 с размером стороны квадратных ячеек 1 мм.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773, х. ч.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, ч. д. а.

Натрий салициловокислый, ч. д. а.

Натрий нитропруссидный, ч. д. а.

Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845, ч. д. а.

Соль динатриевая этилендиамин-N',N',N',N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а.

Известь хлорная техническая.

Селен, ч.

Перекись водорода по ГОСТ 10929 с массовой долей 30 %, х. ч.

Натрий углекислый по ГОСТ 83, ч. д. а.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а.

Калий йодистый по ГОСТ 4232, ч. д. а.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат), стандарт-титр.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Примечания

1 Допускается использование других средств измерений, не уступающих вышеуказанным по метрологическим характеристикам.

2 Допускается использование реактивов аналогичной квалификации.

9.3 Приготовление растворов

9.3.1 Растворы реактивов хранят в стеклянной посуде с притертыми пробками или в полиэтиленовых флаконах с завинчивающимися крышками при температуре 15 °С—25 °С неограниченное время, если нет других указаний в настоящем стандарте. При появлении осадка, хлопьев, изменении окраски растворы заменяют свежеприготовленными.

9.3.2 Приготовление раствора 1

57 г салициловокислого натрия, 17 г виннокислого калия-натрия и 27 г гидроокиси натрия растворяют в 700 см^3 дистиллированной воды. Раствор кипятят примерно 20 мин для удаления следов аммиака. После охлаждения количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 0,4 г нитропруссида натрия и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой.

Срок хранения раствора при температуре 4 °С—6 °С — не более 1 мес.

9.3.3 Приготовление раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = = 2 моль/дм^3

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды (80,00 ± 0,01) г гидроокись натрия и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой.

9.3.4 Приготовление раствора 2

К 50 см^3 раствора 1 (см. 9.3.2) приливают 400 см^3 дистиллированной воды и 10 см^3 раствора гидроокиси натрия молярной концентрации c (NaOH) = 2 моль/дм^3, затем добавляют 1 г трилона Б.

Раствор готовят в день проведения испытания.

9.3.5 Приготовление раствора соляной кислоты молярной концентрации c (HCl) = = 1 моль/дм^3

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают примерно 300 см^3 дистиллированной воды, добавляют 86 см^3 концентрированной соляной кислоты и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой.

9.3.6 Приготовление раствора тиосульфата натрия молярной концентрации c ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) = 0,1 моль/дм^3

Раствор готовят из стандарт-титра в соответствии с инструкцией.

9.3.7 Приготовление раствора 3

В стакан вместимостью 500 см^3 помещают 150 г хлорной извести, добавляют 250 см^3 дистиллированной воды и перемешивают. В другом стакане вместимостью 500 см^3 растворяют 105 г углекислого натрия в 250 см^3 дистиллированной воды. Оба раствора сливают в стакан вместимостью 1000 см^3 при постоянном перемешивании. Масса сначала густеет, затем разжижается. Суспензию оставляют на 1—2 сут для отстаивания, затем прозрачную жидкость сливают и декантируют через бумажный фильтр.

В растворе 3 определяют концентрацию активного хлора. Для этого в коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1 см^3 прозрачного фильтрата раствора 3, добавляют 40—50 см^3 дистиллированной воды, добавляют 2 г йодистого калия и 10 см^3 раствора соляной кислоты (см. 9.3.5). Образовавшийся йод титруют раствором тиосульфата натрия (см. 9.3.6) до исчезновения вишневой окраски.

Концентрацию активного хлора c, г/дм^3, вычисляют по формуле

$$c = 0{,}00355 \cdot V \cdot 1000, \quad (11)$$

где 0,00355 — масса хлора, соответствующая 1 см^3 раствора тиосульфата натрия, г;

V — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование 1 см^3 раствора 3, см^3;

1000 — коэффициент пересчета.

Срок хранения раствора 3 в посуде из темного стекла при температуре 4 °С—6 °С — не более 1 года.

9.3.8 Приготовление раствора 4

Для приготовления раствора 4 раствор 3 (см. 9.3.7) разбавляют дистиллированной водой до концентрации активного хлора, равной 1,2 г/дм^3.

Объем раствора 3, необходимый для приготовления определенного объема раствора 4, V, дм^3, вычисляют по формуле

$$V = \frac{1{,}2 \cdot V_1}{c}, \quad (12)$$

где 1,2 — значение требуемой концентрации хлора, г/дм^3;

V_1 — приготовляемый объем раствора 4, см^3;

c — концентрация активного хлора, г/дм^3.

Раствор готовят в день проведения испытания.

9.3.9 Приготовление раствора серной кислоты, содержащей селен

Раствор готовят по 8.3.1.3.

9.3.10 Приготовление основного раствора хлористого аммония

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 1,919 г хлористого аммония и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой.

Раствор содержит 0,5 мг азота в 1 см^3.

9.4 Построение градуировочного графика

В восемь пронумерованных мерных колб вместимостью 100 см^3 приливают из бюретки вместимостью 50 см^3 указанные в таблице 1 объемы основного раствора хлористого аммония (см. 9.3.10). Затем в каждую колбу доливают до половины ее объема дистиллированную воду и приливают 3 см^3 концентрированной серной кислоты, содержащей селен (см. 9.3.9), и перемешивают. После охлаждения доводят объемы растворов в колбах дистиллированной водой до метки и снова перемешивают.

Таблица 1

Номер колбы	Объем основного раствора, см^3	Содержание азота в 100 см^3 раствора сравнения, мг
1	0	0
2	4	2,0
3	8	4,0
4	12	6,0
5	16	8,0
6	20	10,0
7	24	12,0
8	28	14,0

В день проведения испытания для построения градуировочного графика из каждой колбы растворов сравнения берут по 0,5 см^3 раствора и помещают в пронумерованные восемь стаканов вместимостью 100 см^3, затем в каждый стакан добавляют по 50 см^3 раствора 2, перемешивают и добавляют по 2,5 см^3 раствора 4, снова перемешивают и оставляют растворы на 1 ч при комнатной температуре для полного развития окраски.

Оптическую плотность растворов измеряют относительно первого раствора сравнения, не содержащего азот, в кюветах с толщиной просвечиваемого слоя 10 мм, используя красный светофильтр с максимумом пропускания 620—670 нм.

По результатам фотометрирования растворов сравнения строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс значения содержания азота в миллиграммах в 100 см^3 растворов сравнения, а на оси ординат — показатели оптической плотности растворов.

9.5 Проведение испытания

9.5.1 Приготовление минерализата

В сухую чистую колбу Къельдаля помещают 0,2—0,3 г испытуемой пробы, взвешенной с точностью не более 0,001 г. К навеске добавляют 2 см^3 перекиси водорода с массовой долей 30 %. Через 1,5—2 мин добавляют 3 см^3 концентрированной серной кислоты, содержащей селен (см. 9.3.9), и слегка встряхивают. Пробирки или колбы постепенно нагревают до 340 °С—380 °С. Минерализацию проб продолжают до полного обесцвечивания раствора. Если через 1,5—2,0 ч не происходит обесцвечивания, раствор охлаждают до 60 °С—80 °С, приливают 1 см^3 перекиси водорода и кипятят до полного обесцвечивания.

После обесцвечивания раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу, доводят дистиллированной водой до 100 см^3 и перемешивают. Допускается проводить минерализацию в калиброванных пробирках.

9.5.2 Фотометрическое определение азота в минерализатах

В коническую колбу или стакан вместимостью 100 см^3 пипеткой или дозатором отбирают 0,5 см^3 минерализата, приготовленного по 9.5.1, приливают к нему 50 см^3 раствора 2 и перемешивают, затем прибавляют пипеткой или дозатором 2,5 см^3 раствора 4, снова перемешивают и оставляют раствор на 1 ч при комнатной температуре для полного развития окраски.

Оптическую плотность растворов измеряют относительно первого раствора сравнения, не содержащего азот, в кюветах с толщиной просвечиваемого слоя 10 мм, используя красный светофильтр с максимумом пропускания 620—670 нм.

Концентрация азота в фотометрируемых растворах должна быть 0,01—0,14 мг/см^3.

Если показание прибора для испытуемого раствора превышает показание восьмого раствора сравнения, то исходный раствор минерализата, приготовленный по 9.5.1, разбавляют первым раствором сравнения, не содержащим азот, до оптимальной для фотометрирования концентрации (оптическая плотность 0,2—0,8).

Одновременно проводят контрольный опыт на загрязнение воды и реактивов аммиаком, исключая взятие навески.

9.6 Обработка результатов

9.6.1 Массовую долю азота в испытуемой пробе X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m_2}, \qquad (13)$$

где m — содержание азота в навеске (в 100 см^3 раствора), найденное по градуировочному графику, мг;

m_1 — содержание азота в 100 см^3 раствора контрольного опыта, найденное по градуировочному графику, мг;

m_2 — масса навески, мг.

Если исходный раствор минерализата перед испытанием был разбавлен, полученный результат увеличивают во столько раз, во сколько был разбавлен исходный раствор.

Результаты вычисляют до третьего десятичного знака. За окончательный результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, которое округляют до второго десятичного знака

9.7 Контроль точности результатов

9.7.1 Оценку прецизионности результатов испытаний в условиях повторяемости и воспроизводимости проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 5).

9.7.2 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях повторяемости (сходимости)

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных независимых испытаний, полученными одним и тем же методом на одной испытуемой пробе в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором на одном и том же экземпляре оборудования в течение короткого промежутка времени при доверительной вероятности P = 0,95 не должно превышать предела повторяемости (сходимости) r, %

$$r = 0{,}03\overline{X} + 0{,}03, \qquad (14)$$

где 0,03 — коэффициент регрессии;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, %;

0,03 — коэффициент.

Если расхождение между результатами параллельных испытаний превышает предел повторяемости, то испытание повторяют, начиная со взятия навески.

Если расхождение между результатами параллельных испытаний вновь превышает предел повторяемости, выясняют и устраняют причины плохой повторяемости результатов испытаний.

Допускается проведение испытания без параллельных определений массовой доли азота при наличии межгосударственного стандартного образца. Расхождение между среднеарифметическим значением результатов испытаний стандартного образца и его аттестованным значением, указанным в свидетельстве, не должно превышать допускаемого отклонения $\overline{D}$, %

$$\overline{D} = 0{,}047 \cdot X_{\text{атт}} + 0{,}055, \qquad (15)$$

где 0,047 — коэффициенты регрессии;

$X_{\text{атт}}$ — аттестованное значение массовой доли азота в стандартном образце, %;

0,055 — коэффициент.

9.7.3 Приемлемость результатов испытаний, полученных в условиях воспроизводимости

Абсолютное расхождение между результатами двух отдельных испытаний, полученными одним и тем же методом на одной испытуемой пробе в разных лабораториях разными операторами на различных экземплярах оборудования при доверительной вероятности P = 0,95, не должно превышать предела воспроизводимости R, %

$$R = 0{,}07\overline{\overline{X}} + 0{,}08, \qquad (16)$$

где 0,07 — коэффициент регрессии;

$\overline{\overline{X}}$ — среднеарифметическое значение результатов испытаний, полученных в двух лабораториях, %;

0,08 — коэффициент.

При выполнении этого условия приемлемы оба результата испытаний, и в качестве окончательного может быть использовано их среднеарифметическое значение. Если это условие не соблюдается, могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6—2003 (раздел 5).

Контрольные испытания проб и стандартных образцов проводят в двух параллельных испытаниях.

9.8 Оформление результатов

Результат определения массовой доли азота в пробе, %, вычисленный по формуле (13), представляют в виде

$$X \pm \Delta_{\text{абс}}, \qquad (17)$$

где $\Delta_{\text{абс}}$ — граница абсолютной погрешности измерений, %, при доверительной вероятности P = 0,95, вычисленная по формуле

$$\Delta_{абс} = 0{,}039\overline{X} + 0{,}046, \quad (18)$$

где 0,039 — коэффициент регрессии;

$\overline{X}$ — среднеарифметическое значение результатов двух параллельных испытаний, %;

0,046 — коэффициент.

9.9 Массовую долю азота в сухом веществе вычисляют по 8.5.3.

9.10 Массовую долю сырого протеина в испытуемой пробе вычисляют по 8.8.

УДК 636.085.3:006.354 МКС 65.120 С19

Ключевые слова: корма, комбикорма, комбикормовое сырье, массовая доля, азот, сырой протеин, метод Къельдаля, минерализация, отгонка, титрование, фотометрия

БЗ 8—2019/129

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Е.Д. Дульнева*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 12.08.2019. Подписано в печать 04.09.2019. Формат 60×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,32. Уч.-изд. л. 1,86.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» для комплектования Федерального информационного фонда стандартов, 117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Поправка к ГОСТ 13496.4—2019 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан

(ИУС № 8 2020 г.)

Поправка к ГОСТ 13496.4—2019 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина

В каком месте	Напечатано	Должно быть		
Предисловие. Таблица согласования	—	Туркмения	ТМ	Главгосслужба «Туркменстандартлары»

(ИУС № 1 2021 г.)

МКС 65.120

Поправка к ГОСТ 13496.4—2019 Корма, комбикорма, комбикормовое сырье. Методы определения содержания азота и сырого протеина

В каком месте	Напечатано	Должно быть
Раздел 8. Пункт 8.2, 30-й абзац	Метиловый голубой или бромкрезоловый зеленый.	Метиленовый голубой или бромкрезоловый зеленый.

(ИУС № 11 2025 г.)

gost.e-ecolog.ru